

EFEITO DO GRAU DE CRISTALIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE VITROCERÂMICAS DE DISSILICATO DE LÍTIO

Sandro Elias Braun

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Física do Setor de Ciências Exatas da Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Maurício Lepienski
Co-Orientador: Prof. Dr. Paulo César Soares Jr.

CURITIBA
2008

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
SETOR DE CIÊNCIAS EXATAS
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

PARECER



Os abaixo-assinados, membros da banca examinadora de Defesa de Dissertação de Mestrado do estudante **Sandro Elias Braun** são de parecer favorável e consideram aprovada a redação final da Defesa de Dissertação cujo título é *Efeitos do Grau de Cristalização nas propriedades Mecânicas de Vitrocerâmicas de Dissilicato de Lítio..*

Curitiba, 24 de julho de 2008.

Banca Examinadora

Prof. CARLOS M. LEPIENSKI
(Orientador/ Presidente) (UFPR)

Prof. FRANCISCO C. SERBENA
(UEPG)

Prof. VALMOR R. MASTELARO
(USP)

Assinatura

Dedico este trabalho aos meus pais,
Danilo e Zenaide.

AGRADECIMENTOS

- Ao Prof. Carlos Maurício Lepienski pela orientação, apoio, sugestões, discussões, incentivo e liberdade para o desenvolvimento deste trabalho.
- À CAPES pela bolsa de estudos.
- A todos os responsáveis pela infra-estrutura oferecida pelo Laboratório de Propriedades Nanomecânicas de Superfícies e Filmes Finos da UFPR, onde foi possível a total realização deste trabalho.
- A todos colegas e professores que contribuíram de uma forma positiva para a realização deste trabalho.
- À meus Pais pelo grande apoio que sempre me foi dado no decorrer da minha vida e da minha formação acadêmica.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2	5
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 MATERIAIS CRISTALINOS E AMORFOS	6
2.2 CRISTALIZAÇÃO CONTROLADA DE VIDROS	7
2.2.1. Processo de Solidificação	7
2.2.2 Vidros	8
2.2.3 Processos de nucleação	9
2.2.3.1 Nucleação Homogênea	9
2.2.3.2 Nucleação Heterogênea	10
2.2.4 Processos de crescimento cristalino	11
2.2.4.1 Crescimento Normal	11
2.2.4.2 Crescimento em Espiral	12
2.2.4.3 Crescimento Controlado por Nucleação Superficial Secundária	12
2.3 DISSILICATO DE LÍTIO E SUA CRISTALIZAÇÃO	12
2.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS DE MATERIAIS FRÁGEIS	13
2.4.1 Dureza	14
2.4.2 Ensaio de Dureza Vickers	15
2.4.3 Ensaio de Dureza Knoop	16
2.4.4 Nanoindentação	16
2.4.4.1 Dureza e Módulo de Elasticidade Medida por Nanoindentação	17
2.5 FRATURA EM VIDROS	18
2.6. MODELO DE GRIFFITH	18
2.7. FATOR DE CONCENTRAÇÃO DE TENSÃO	19
2.8. CARACTERÍSTICAS DAS TRINCAS	20
2.9. TENACIDADE A FRATURA PELO MÉTODO DAS TRINCAS RADIAIS	22
2.10 FRATURA EM CRISTAIS	24

2.10.1 Fratura por Clivagem	24
2.10.2 Fratura Intergranular	24
2.11 TENACIDADE À FRATURA EM VITROCERÂMICOS	25
 CAPÍTULO 3	 28
MATERIAIS E MÉTODOS	28
3.1 PREPARAÇÃO DO VIDRO	28
3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	28
3.3 TRATAMENTO TÉRMICO	29
3.4 FRAÇÃO CRISTALINA	31
3.5 TESTES MECÂNICOS	31
3.5.1 Testes de Microdureza	31
3.5.2 Testes de Nanoindentação	32
3.6 ANÁLISE MICROESTRUTURAL	32
3.6.1 Microscopia Óptica	32
3.7 DIFRAÇÃO DE RAIOS X	32
 CAPÍTULO 4	 34
RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
4.1 MEDIDAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X E DE FRAÇÃO CRISTALINA	34
4.1.1 Difração de Raios X	34
4.1.2 Fração Cristalina Superficial	37
4.2 MEDIDAS DE DUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE POR NANOINDENTAÇÃO	40
4.2.1 Dureza e Módulo de Elasticidade em Torno de Cristais Embutido na Matriz Vítrea	44
4.3 MEDIDAS DE MICRODUREZA	48
4.3.1 Dureza Vickers e Knoop	48
4.3.2 Dureza Vickers e Knoop com Carga de 10N	50
4.3.3 Dureza Knoop com Carga de 5N e 10N	52
4.3.4 Dureza Vickers com Carga de 5N e 10N	52
4.3.5 Dureza em Função do Tempo de Nucleação	54

4.4 MEDIDAS DE TENACIDADE A FRATURA	55
4.4.1 Tenacidade a Fratura para Diferentes Cargas Aplicadas	56
4.4.2 Tenacidade a Fratura para Diferentes Tratamentos Térmicos de Nucleação	57
4.5 FRACTOGRAFIA	61
4.5.1 Morfologia das Trincas: Dissilicato de Lítio Carga de Penetração de 5N - Tratamento Térmico de 2h de Nucleação a 475°C	61
4.5.2 Morfologia das Trincas: Vidro Dissilicato de Lítio Carga 5N - Tratamento Térmico de 5h de Nucleação a 475°C	63
4.5.3 Morfologia das Trincas: Vidro Dissilicato de Lítio Carga 5N - Tratamento Térmico de 10h de Nucleação a 475°C	65
4.5.4 Morfologia das Trincas: Vidro Dissilicato de Lítio Carga 10N - Tratamento Térmico de 5h de Nucleação a 475°C	67
4.5.5 Morfologia das Trincas: Vidro Dissilicato de Lítio Carga 20N - Tratamento Térmico de 5h de Nucleação a 475°C	71
 CAPÍTULO 5	 78
5.1 Conclusões	78
5.2 Sugestões para Trabalhos Futuros	79
 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 80

RESUMO

O efeito da cristalização sobre as propriedades mecânicas (dureza, módulo de elasticidade, e tenacidade à fratura) do vitrocerâmico dissilicato de lítio $\text{Li}_2\text{O}_2\text{-SiO}_2$ foi investigadas pela técnica de indentação (indentação instrumentada, microdurezas Vickers e Knoop). Os tratamentos térmicos para cristalização foram realizados em duas etapas: nucleação na temperatura de 475°C e em intervalos de tempo de 2h, 5h e 10h, e crescimento de cristais na temperatura de 563°C por 1/2h, 1h, 2h, 3h e 24h. Foram determinadas as frações cristalinas e correlacionadas com a dureza, o módulo de elasticidade e a tenacidade à fratura. Os testes de microdureza foram realizados utilizando-se penetradores Vickers e Knoop. A ponta Vickers foi utilizada para medir dureza e tenacidade à fratura enquanto que a Knoop foi usada para medir dureza. As cargas utilizadas nos testes de microdureza e tenacidade à fratura foram de 5N, 10N e 20N. A área da impressão deixada pelo indentador permitiu determinar a dureza. Os comprimentos das trincas geradas por penetração Vickers foram utilizadas para determinar os valores de tenacidade à fratura das amostras. Os testes de indentação instrumentada foram realizados utilizando-se o equipamento nanoindenter XP (MTS Instruments) com ponta do tipo Berkovich. Por meio desta técnica foi determinado o módulo de elasticidade e a dureza para as amostras nas diferentes regiões amorfas e cristalinas. A modificação da morfologia das trincas geradas por indentação com pontas piramidais foi avaliada para amostras com diferentes frações cristalinas utilizando a técnica de microscopia ótica. Foi discutida a alteração dos padrões de trincas, para diferentes graus de cristalização, na forma de determinação da tenacidade à fratura.

Os maiores valores de dureza e tenacidade foram obtidos em amostras com 100% de fração cristalina, sendo que maiores tempos de nucleação de cristais levam a melhores valores nas propriedades mecânicas investigadas. Os valores obtidos para a 100% de fração cristalina foram: tenacidade à fratura de $1,8 \text{ MPa m}^{1/2}$, microdureza Knoop de 7,2 GPa e módulo de elasticidade de 154,8 GPa.

ABSTRACT

The effect of crystallization on the mechanical properties (hardness, modulus of elasticity, and the fracture toughness) of lithium disilicate $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$ was investigated by indentation (instrumented indentation, and Vickers microhardness Knoop). The heat treatments for crystallization were carried out in two stages: nucleation temperature of 475 °C and at times intervals of 2, 5 and 10 hours, and crystals growth at temperature of 563 °C for 1/2h, 1h, 2h, 3h and 24 hours. Crystal value fractions were correlated to hardness, elastic modulus and fracture toughness. Hardness was measured by Knoop and Vickers indenters. Radial cracks at indentations with Vickers indenter were used to measure toughness. Loads used in tests of microhardness and indentation fracture toughness were 5N, 10N and 20N. Instrumented indentation was performed using a Nanoindenter XP (MTS Instruments) with a Berkovich tip. Hardness and elastic modulus of samples at amorphous and crystalline regions were measured. The morphology of cracks generated by indentation with pyramid indenters was investigated for samples with different crystalline fractions using the technique of optical microscope.

The highest values of hardness and toughness were obtained in samples with 100% fraction of crystalline, with higher nucleation times. The obtained values were: fracture toughness of $1.8 \text{ Mpa}^{1/2}$, Knoop microhardness of 7.2 GPa and elastic modulus of 154.8 GPa.